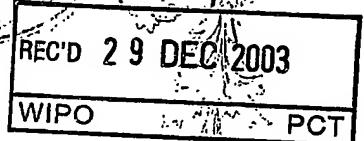


PCT/KR 03-02472
RO 10.12.2003



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출원번호 : 10-2002-0071715
Application Number

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

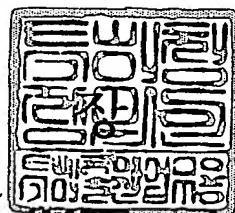
출원년월일 : 2002년 11월 18일
Date of Application NOV 18, 2002

출원인 : 동성에이앤티 주식회사
Applicant(s) DONG SUNG A & T. CO., LTD.

2003 년 12 월 10 일



특 허 청
COMMISSIONER



Best Available Copy

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2002.11.18
【발명의 명칭】	미세기공이 함유된 폴리우레탄 발포체의 제조방법 및 그로부터 제조된 연마패드
【발명의 영문명칭】	Method for forming polyurethane compound having a pour and a polishing pad therefrom
【출원인】	
【명칭】	동성에이앤티 주식회사
【출원인코드】	1-2001-011405-7
【대리인】	
【성명】	이후동
【대리인코드】	9-1998-000649-0
【포괄위임등록번호】	2001-068721-2
【대리인】	
【성명】	이은영
【대리인코드】	9-1998-000477-2
【포괄위임등록번호】	2001-068722-0
【발명자】	
【성명의 국문표기】	이규돈
【성명의 영문표기】	LEE,Kyu Don
【주민등록번호】	580320-1478620
【우편번호】	407-771
【주소】	인천광역시 계양구 작전동 388-2 동보아파트 105-506
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	차윤종
【성명의 영문표기】	CHA,Yoon Jong
【주민등록번호】	620322-1476312
【우편번호】	406-130
【주소】	인천광역시 연수구 동춘동 대우.삼환아파트 106-503
【국적】	KR

102 071715

출력 일자: 2003/12/17

【심사청구】

청구

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인
이후동 (인) 대리인
이은영 (인)

【수수료】

【기본출원료】	20	면	29,000 원
【가산출원료】	12	면	12,000 원
【우선권주장료】	0	건	0 원
【심사청구료】	21	항	781,000 원
【합계】		822,000 원	
【감면사유】		중소기업	
【감면후 수수료】		411,000 원	
【첨부서류】		1. 요약서·명세서(도면)_1통	

【요약서】

【요약】

미세기공 함유 폴리우레탄 발포체의 제조방법 및 그로부터 얻어지는 연마패드에 관한 것으로서, (a) 이소시아네이트기 함유 화합물을 포함하는 제1성분과, 활성수소기 함유 화합물을 포함하는 제2성분 중의 적어도 어느하나에 비이온성 계면활성제를 첨가하는 단계와, (b) 상기 제1성분과 제2성분의 혼합액에 비반응성 기체를 주입하면서 교반 혼합하는 단계와, (c) 상기 혼합액을 일정속도로 외부로 토출하는 단계와, (d) 토출된 혼합액을 금형에 주입하여 일정형상으로 성형하는 단계를 포함하는 미세기공 함유 폴리우레탄 발포체의 제조방법 및 이로부터 얻어진 연마패드가 개시된다.

【대표도】

도 2

【명세서】

【발명의 명칭】

미세기공이 함유된 폴리우레탄 발포체의 제조방법 및 그로부터 제조된 연마패드{Method for forming polyurethane compound having a pour and a polishing pad therefrom}

【도면의 간단한 설명】

도 1은 비교예 2에 따른 폴리우레탄 발포체 형성공정을 도시하는 모식도이고,

도 2는 본 발명에 따른 실시예 1의 폴리우레탄 발포체 형성공정을 도시하는 모식도이며,

도 3은 본 발명에 따른 실시예 1로부터 얻어진 연마패드의 주사전자현미경 사진이며,

도 4는 본 발명에 따른 실시예 2로부터 얻어진 연마패드의 주사전자현미경 사진이다.

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<5> 본 발명은 미세기공이 함유된 폴리우레탄 발포체의 제조방법 및 그로부터 제조된 연마패드에 관한 것으로서, 특히 반도체 웨이퍼의 화학적-기계적 연마(Chemical-Mechanical Polishing ; 이하 CMP라 칭함)에 의한 평탄화(Planarization) 과정에서 사용되는 연마패드의 제조방법 및 그로부터 얻어진 연마패드에 관한 것이다.

<6> 최근 반도체소자가 급속히 고집적화됨에 따라 배선패턴의 미세-치밀화가 진행되어, 패턴을 전사할 때 노광(露光)기술을 개량하는 것만으로는 치밀화를 극복하는데 한계가 있고, 또한 고집적화가 진행됨에 따라 적층막의 수가 증가되어 반도체 웨이퍼 표면의 요철을 증폭시키기

때문에 배선을 치밀하게 형성하는 것을 어렵게 하고 있어, 웨이퍼 표면을 평탄화하는 기술의 필요성이 절실히 요구되고 있다.

- <7> 이와같이 고집적 반도체 소자의 집적도 증가로 인해 더 작은 웨이퍼 면적에 더 작은 배선 패턴이나 상호접속부의 형성이 요구되며 따라서 반도체 웨이퍼의 평탄도(flatness) 공차는 더욱더 작아지고 있는 바 그 결과, 표면 평탄화를 위한 CMP용 연마패드에도 보다 향상된 기능이 요구되고 있다.
- <8> 일반적인 반도체 공정에서의 CMP 장치는 연마패드가 장착되어 회전하는 회전 턴테이블과, 웨이퍼를 공정진행에 따라 이송시키고 상기 회전 턴테이블상에서 회전시키는 웨이퍼캐리어와, 상기 회전 턴테이블의 중앙 상부에서 연마슬러리를 공급하는 연마슬러리 공급구와, 다이아몬드 드레서로 구성되어진다.
- 9> 이러한 CMP 장치는 연마패드의 상부에 반도체 웨이퍼를 위치하게 한 후 웨이퍼 캐리어로 하중을 가하면서 턴테이블을 회전시키면서 연마슬러리를 연속적으로 공급하여, 연마패드와 반도체 웨이퍼의 마찰로 인한 기계적 연마와 연마슬러리의 화학성분으로 인한 화학적 연마를 동시에 수행하여 연마 공정을 진행한다. 예를 들어, 연마 슬러리 중 산화막용 슬러리는 일반적으로 콜로이드 실리카(Colloidal Silica)나 흄드 실리카(Fumed Silica) 10~20부피비%를 수산화칼륨(KOH) 혹은 수산화암모늄(NH₄OH)과 혼합하여 pH 10~12로 조정한 고알카리 수용액이며, 상기 실리카 입자가 기계적인 연마작용을 돋게 되고, 고알칼리 수용액은 화학적인 연마작용을 일으키게 한다.
- > 또한 CMP 공정진행중 연마패드는 계속적으로 압력을 받으며 회전하게 되어 연마패드의 미세기공(Micro pores)들이 반도체 웨이퍼의 연마잔여물로 인해 막히게 되고, 그로 인해 슬러

리액을 담아두는 기공의 기능을 잃게 되는데, 이때 다이아몬드 드레서로 연마패드의 표면을 컨디셔닝(Conditioning)하여 불균일한 마모층을 제거하여 균일한 연마표면을 갖도록 한다.

- 11> 상기의 CMP 장치에 사용되는 연마패드는 부직포에 폴리우레탄을 함침시켜 제조한 다공질 형 부직포타입과, 폴리우레탄 용액을 습식법(Wet Coagulation method)으로 제조한 발포 폴리우레탄 유도 타입이 있으며, 모두 표면에 기공을 가지는 구조로 되어 있어 연마과정 중에 내부에 연마슬러리를 보유하는 역할을 한다.
- 12> 종래 기술의 제1예로서, 부직포타입은 일본국 특개평 2-250776호 개시된 연마패드를 들 수 있다. 이는 폴리우레탄/DMF 용액을 부직포에 함침시킨 후, DMF 수용액에서 응고시켜 미세기 공을 함유하는 연마패드를 형성하는 것으로서, 연마시에 반도체 웨이퍼와의 접촉성과 연마슬러리의 보유성은 좋지만 표면경도가 낮아 압축변형이 쉽게 일어나 반도체웨이퍼의 평탄도를 떨어뜨리는 문제점이 있다.
- > 종래 기술의 제2예로서, 발포 폴리우레탄 유도 타입은 특허공개 WO 9404599에 기재된 연마패드를 들 수 있는데, 이는 이소시아네이트 말단 우레탄 폴리폴리머와 경화제(활성수소화합물)인 4,4-메틸렌-비스-(2-클로로아닐린) (MOCA)을 혼합 교반한 후, 팽창된 유기고분자 중공구체 (상품명 ExpanceI 551 DE (Dry Expanded)를 첨가 혼합하여 주형틀에서 경화시킨 주형시트를 일정한 두께로 절단하여 제조되는 것으로서, 표면경도가 높기 때문에 부직포 타입에 비해 압축변형이 적고 연마속도 및 웨이퍼의 평탄성이 향상된다. 그러나 상기의 연마패드는 미리 팽창된 유기 고분자 중공구체를 사용하는데, 팽창된 유기고분자 중공구체는 비중이 0.042정도로 작기 때문에 이소시아네이트 말단 우레탄 폴리폴리머와 혼합할 때에는 점도가 상당히 높아지게 되고, 경화제(MOCA)와 혼합할 때에는 거품이 발생하게 되므로 성형물에 기포가 잔류하게 된다. 또한 팽창된 유기고분자 중공구체는 비중이 이소시아네이트 말단 우레탄 폴리폴리머와 비중차

가 크기 때문에 이들 물질의 혼합물(컴파운드)은 분리되기 쉬워 토출되는 주입액은 배합편차가 일어나기 쉽다. 따라서 앞서 기술한 컴파운드와 경화제를 혼합·교반한 수지 조성액을 금형내에 주입하여 성형할 때에 수지가 경화되기 전에 중공구체가 부상하여 윗면방향으로 편재되는 현상이 발생하게 된다. 따라서 성형물을 수평방향으로 슬라이스해서 얻은 일정두께의 연마패드는 윗면부근과 밑면부근에서 밀도차와 경도차가 발생하여 재질이 균일하지 못하고, 연마패드의 로트간 연마특성의 편차가 발생하는 문제점이 있다. 또한 유기 고분자 중공구체는 중공부에 저비점 탄화수소를 내포하고 바깥부분이 아크릴로니트릴-염화비닐리덴 공중합체나 아크릴로니트릴 공중합체의 열가소성 수지로 구성되어 있어, 연마시 기공의 열가소성 수지로 인하여 웨이퍼 표면에 스크래치가 발생하여 수율을 저하시키는 다른 문제점이 있다.

4> 이러한 문제점을 해결하기 위한 종래기술의 제3예로서, 별도의 중공구체를 첨가하지 않고 패드 조성물내에 비반응성 기체를 주입하여 기공을 형성하는 방법이 국제특허공개 WO 0196434에 개시되어 있다. 이에 따르면, 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머에 수산기를 함유하지 않는 실리콘계 비이온성 계면활성제를 혼합하여 제1 성분액을 얻고, 이에 비반응성 기체를 투입하면서 고속 교반하여 크림상의 기포분산액을 만든 후 여과망을 통과시켜 비교적 큰 기포를 제거한다. 그 다음 상기 크림상의 기포분산액을 2축 유성형 혼합기에 넣은 후 제2 성분액인 경화액과 혼합하여 혼합액을 만든 후 이를 교반, 주형 성형 및 절단 하여 미세기공을 형성시킨 연마패드를 제조한다.

> 그러나 이러한 연마패드는 크림상의 기포 분산액을 제조하는 과정에서 불균일한 기포가 형성되어 기공의 크기와 균일한 분포도를 얻기 어려운 문제점이 있다. 이로 인해, 연마속도와 연마효율이 저하되며, 성형체의 위치 및 로트에 따라 패드의 연마특성이 달라져서 균일한 공정 제어가 어렵다. 또, 이러한 문제점을 개선하기 위해 과도한 크기의 기포를 제거하기 위한 여과

공정이 필요하므로, 공정이 복잡해질 뿐만 아니라 이러한 여과공정에 의해서도 만족할만한 효과를 얻기가 어렵다.

- <16> 또, 2성분액의 혼합이전에 특정 1성분액에 비반응성 기체가 주입되어 크림상의 기포분산액이 얻어지므로, 일단 이러한 크림상의 기포분산액이 얻어지면 조성물의 물성변화를 억제하기 2성분의 혼합공정이 신속히 진행되어야만 한다. 즉, 각 성분액의 보존성이 열악하므로 가사시간(pot life)가 짧아 공정 여유도가 낮은 문제점이 있다.
- <17> 또, 크림상의 기포분산액을 또 다른 1성분액과 혼합하여야 하므로 원활한 혼합이 어려워 공정 조건이 엄격해지고 공정시간이 증가할 뿐만 아니라, 혼합물내의 기공의 분포가 균일하지 못하며, 그 결과 로트별, 성형체 위치별로 연마패드의 특성이 달라 CMP 공정의 신뢰성이 저하되는 문제가 있다.
- <18> 또, 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머와 실리콘계 비이온성 계면활성제의 혼합물로 구성된 제1 성분액에 비반응성 기체를 주입하여 고속 교반함에 있어서, 실리콘계 비이온성 계면활성제가 수산기를 함유하는 경우에는 고속 교반과정에서 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머가 수산기와 반응하여 물성이 변화되는 것을 방지하기 위해서는 수산기가 함유되지 않은 실리콘계 비이온성 계면활성제를 선택 사용하여야 하는 제약이 있고, 이는 다양한 물성조건이 요구되는 연마패드에 있어 조성성분 선택의 제약요소가 된다. 또, 수산기를 함유하는 실리콘계 비이온성 계면활성제가 보다 범용성이 있고 가격면에서도 유리함에도 불구하고, 이러한 계면활성제의 사용이 제약되므로 공정비용면에서 불리하고 공정여유도도 저하된다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

- 19> 본 발명은 상기와 같은 문제점들을 해결하기 위한 것으로서, 스크래치 발생이 없고, 조성 성분의 선택 가능성이 높고, 제조 공정이 단순하고 공정여유도가 증가된 폴리우레탄 발포체 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- 20> 또, 기공의 크기 및 분포도가 균일하여, 연마효율이 높고, 로트간 연마특성 편차가 낮은 연마패드를 제공하는 것을 또 다른 목적으로 한다.
- 21> 아울러 본 발명에 사용된 우레탄 프리폴리머의 TDI 모노머 함량을 감소시켜 작업환경 개선 효과면에서 효율적이고 가사시간(pot life)이 길어 공정조건을 조절하는데 용이하며 내구성, 기계적 특성 등의 물성이 뛰어난 연마패드 및 그 제조방법을 제공함에 있다.

【발명의 구성 및 작용】

- 2> 본 발명은 별도의 중공구체 삽입없이 발포체 조성물에 비반응성 기체를 주입함으로써 발포체내에 자체 기공이 형성되도록 하여 스크래치 발생을 억제한다.
- > 또, 기포형성공정이 2성분액 혼합과정에서 수행되도록 함으로써, 2성분액의 혼합이 원활히 진행되므로 기공의 크기 및 분포의 균일성을 확보하여 로트별 연마특성 편차를 줄이며, 각 성분액의 가사 시간(pot life)를 증가시켜 공정여유도를 높인다. 또, 이로인해 공정이 단순화 되므로, 공정비용을 저하시키고 공정 신뢰성을 높인다.
- > 또, 기포형성공정이 각 개별 성분액 단계에서 수행되는 것이 아니므로 선택가능한 계면 활성제의 범위가 확장되어 다양한 물성의 연마패드를 제조할 수 있고, 다양한 공정조건하에서 조성성분의 선택 가능성이 높아져서 공정 여유도를 높이고 공정비용을 낮출 수 있다.

- 25> 이를 위해, 본 발명은 (a) 이소시아네이트기 함유 화합물을 포함하는 제1성분과, 활성수소기 함유 화합물을 포함하는 제2성분 중의 적어도 어느하나에 비이온성 계면활성제를 첨가하는 단계와, (b) 상기 제1성분과 제2성분의 혼합액에 비반응성 기체를 주입하면서 교반 혼합하는 단계와, (c) 상기 혼합액을 일정속도로 외부로 토출하는 단계와, (d) 토출된 혼합액을 금형에 주입하여 일정형상으로 성형하는 단계를 포함하는 미세기공 함유 폴리우레탄 발포체의 제조방법 및 이로부터 얻어진 연마패드를 제공한다. 필요에 따라 (b)단계의 2성분 혼합액에 유기증공구체 또는 무기 증공구체를 첨가할 수 있다.
- 6> 보다 구체적으로는, (a) 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머를 포함하는 제1성분과, 활성수소기 함유 화합물을 포함하는 제2성분 중의 적어도 어느 하나에 상기 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머 100 중량부에 대해 0.1-10 중량부의 실리콘계 비이온성 계면활성제를 첨가하는 단계와, (b) 상기 제1성분과 제2성분을 2-15 barr의 압력하에서 비반응성 기체를 주입하여 혼합교반한 후, 상기 혼합물을 2-20 kg/min의 양으로 외부로 토출시키되, 상기 비반응성 기체는 상기 혼합액 토출량 1kg당 0.1-1 L/min의 양으로 주입되는 단계와, (c) 토출된 혼합액을 금형에 주입하여 성형하는 단계를 포함하는 미세기공 함유 폴리우레탄 발포체의 제조방법 및 이로부터 제조된 연마패드가 제공된다.

이하에서 보다 자세한 공정조건 및 조성성분 조건에 대해 설명한다.

1. 공정조건

상기 (b)단계가 수행되는 과정에서 상기 혼합액이 일정속도로 토출되어 상기 (c)단계의 금형내로 주입된다.

<30> (b) 단계의 비반응성 기체로는 질소, 아르곤, 네온 등의 불활성 기체, 산소, 탄산가스 또는 일반 공기(air) 등을 이용할 수 있고, 그 외에도 이소시아네이트 함유 화합물이나 활성수소와 반응하지 않는 기체라면 제한없이 사용할 수 있으나 비용 및 안정성 등에서 질소가 가장 적합하다. 제3 종래기술로 언급된 국제특허공개 WO 0196434에 다양한 비반응성 기체가 개시되고 있는 바, 이에 관한 기재는 본 발명에 결합되어 본 발명을 형성한다.

<11> 비반응성 기체 주입량은 혼합액이 외부로 토출되는 양을 기준으로 하는데, 혼합액 토출량 1kg 당 0.1-1 L/min, 바람직하게는 1kg 당 0.3-0.7 L/min 정도가 좋다. 즉, 토출량이 3kg/min라면 기체주입량은 0.3-3 L/min이 적당하고, 토출량이 7kg/min라면 기체주입량은 0.7-7 L/min 가량이 적당하다. 기체 주입량이 토출량 1kg당 0.1 L/min이하가 되면 기공이 거의 형성되지 않고, 토출량 1kg당 1 L/min 이상이면 기공의 크기가 너무 커서 발포체의 경도가 저하되며, 그 결과 이로부터 제조된 연마패드는 역시 경도가 낮고 지나치게 소프트(soft)해서 접촉특성 등과 슬러리 보유 특성은 우수하나, 연마효율과 평탄도 특성이 저하되어 바람직하지 않다. 그러나, 이러한 물성의 소프트한 연마패드를 제조하고자 하는 경우에는 1 L/min 이상으로 비반응성 기체 주입량을 설정할 수도 있다. 기체 주입량은 유량조절기(mass flowmeter) 등을 이용하여 정확하게 조절함으로써 균일크기의 미세기공을 형성할 수 있다.

또, (b) 단계의 혼합액이 외부로 토출되는 양은 연마패드에 요구되는 물성을 고려하여 적절히 조절할 수 있으나, 통상 2-20 kg/min, 바람직하게는 2-7 kg/min이다. 토출량이 2 kg/min 이하인 경우에는 공정시간이 길어져서 생산성이 떨어지고, 20 kg/min 이상인 경우에는 기공의 크기와 분포도에 있어 균일성이 저하된다.

<33> 또, (b)단계는 일정 압력하에서 수행되는 것이 바람직한데, 통상 2-15 barr, 바람직하게는 4-10 barr, 보다 바람직하게는 약 5 barr 내외의 압력하에서 수행된다. 압력이 2 barr 이하이거나 15 barr 이상이면 기공의 크기와 분포도의 균일성이 저하된다.

<34> (b)단계의 혼합물 교반속도는 2성분액과 비반응성 기체가 적절히 혼합될 정도로서 3,000~10000 rpm, 바람직하게는 3,000-6,000 rpm, 보다 바람직하게는 5,000 rpm 내외로 설정할 수 있으나, 이에 제한되지는 않는다. 당업자라면 2성분액의 조성과 물성 그리고, 양, 혼합교반기의 크기 및 비반응성 기체의 주입량 등을 고려하여 적절히 선택할 수 있다.

<35> 2. 계면활성제

<36> (a)단계에서 계면활성제는 제1성분과 제2성분 어디에나 또는 양쪽 모두에 첨가될 수 있으나, 제1성분에 첨가되는 것이 보다 바람직하다. 또, 총 첨가량은 이소시아네이트기 함유 화합물 100 중량부에 대해 0.1-10 중량부, 바람직하게는 0.5-5 중량부, 보다 바람직하게는 1-3 중량부이다. 계면활성제의 함량이 0.1 중량부 미만이면 기포가 형성되기 어렵고, 10 중량부 이상이면 기포가 너무 많이 형성되어 점도가 높아지므로 취급이 어렵고 혼합공정 조건이 엄격해지며, 지나치게 많은 기공형성으로 인해 연마패드의 경도가 저하되어 평탄성이 불량해진다.

> 계면활성제로는 실리콘계 비이온성 계면활성제가 적합하나, 이외에도 연마패드에 요구되는 물성에 따라 다양하게 선택할 수 있다. 실리콘계 비이온성 계면활성제로는 수산기를 갖는 실리콘계 비이온성 계면활성제를 단독으로 사용하거나, 수산기를 갖지 않는 실리콘계 비이온성 계면활성제와 함께 사용할 수 있다.

<38> 수산기를 갖는 실리콘계 비이온성 계면활성제는 이소시아네이트 함유 화합물 및 활성수소화합물과의 상용성이 양호하여 폴리우레탄 기술분야에 널리 활용되고 있는 정포제의 일종이다. 본 발명의 수산기를 갖는 실리콘계 비이온성 계면활성제로는 이러한 공자 물질 또는 시판 물질을 이용할 수 있으며, 시판물질로는 다우 코닝에서 제조하는 "DOW CORNING 193" (Silicone glycol copolymer : 특성 Appearance = Clear to hazy, liquid ; Specific gravity at 25°C /15.6°C = 1.07; Viscosity at 20°C = 465 mm²/s; Flash point-closed cup = 92°C) (이하, DC-193이라 함) 등이 있다.

39> 수산기를 갖지 않는 실리콘계 비이온성 계면활성제도 통상의 공자 물질 또는 시판물질을 사용할 수 있고, 제3 종래기술로 언급된 국제특허공개 WO 0196434에 다양한 물질이 언급되어 있는 바 본 발명은 이를 물질을 포함한다. 시판용으로는 다우 코닝에서 제조하는 "DOW CORNING 190" (Silicon glycol copolymer : DOW CORNING 190 Surfactant is referenced in JCIC under the chemical name Poly(oxyethylene oxypropylene), methyl polysiloxane copolymer with the code 521013 in the CLS categories : 1-11) (특성 : Color (Gardner Scale) = 2; Specific gravity at 25°C/15.6°C = 1.037; Viscosity at 25°C = 2000 mm²/s; Flash point-closed cup = >63°C; Inverse solubility point(1.0% water solution) = 36°C) (이하, DC-190이라 함) 등이 있다.

- > 3. 이소시아네이트 함유 화합물
- > 다양한 이소시아네이트 함유 화합물, 제조방법, 제조에 사용되는 다양한 출발물질 및 반응물질이 제3 종래기술로 언급된 국제특허공개 WO 0196434에 개시되어 있고, 이에 관한 기재는 본 발명과 결합하여 본 발명을 구성한다.

<42> 이소시아네이트 함유 화합물로는 이소시아네이트 말단 폴리우레탄 프리폴리머가 보다 바람직하다.

<43> 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머는 ① 이소시아네이트와 ②. 폴리올 및 ③ 쇄연장제를 반응시켜 얻을 수 있으며, 이때 TDI(tolune diisocyanate)의 모노머 함량을 일반적인 우레탄 프리폴리머의 TDI 모노머 함량인 0.2~0.5%보다 낮은 0.1% 이하로 하면, 작업환경을 개선하고, 가사시간(pot life)을 연장시켜 공정 여유도가 증가되도록 할 수도 있다. 이로부터 얻어진 폴리우레탄 발포체 및 연마페드의 내구성, 기계적 특성 등의 물성을 향상시킬 수 있다.

<44> 상기 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머의 출발물질로서 ① 이소시아네이트는 2,4-트리렌 디이소시아네이트를 주로 사용하지만, 그 외에 디이소시아네이트를 본 발명의 효과를 저해하지 않는 범위내에서 병용하는 것도 가능하다. 그 예로는 2,6-트리렌 디이소시아네이트(TDI), 4,4-디페닐메탄디이소시아네이트(MDI), 크실렌 디이소시아네이트(XDI), 이소포론 디이소시아네이트(IPDI), 수첨화 디페닐메탄 디이소시아네이트(HMDI) 등의 화합물을 들수 있지만 이것에 한정되는 것은 아니다. ②폴리올로는 폴리(옥시테트라메틸렌)글리콜, 폴리(옥시프로필렌)글리콜 등의 폴리에테르계 폴리올, 폴리카보네아트계 폴리올, 폴리에스테르계 폴리올 등을 이용할 수 있으며, ③ 쇄연장제로는 저분자량 폴리올, 예를 들면, 에틸렌글리콜, 1,2-프로필렌글리콜, 1,3-프로필렌글리콜, 1,4-부탄디올, 네오펜틴글리콜, 1,5-펜탄디올, 1,6-헥산디올, 디에틸렌글리콜 등을 이용할 수 있다. 그러나, 이에 한정되지는 않으며, 공지으 다양한 물질 및 제3 종래기술로 언급된 국제특허공개 WO 0196434에 개시된 다양한 물질을 포함한다.

> 4. 칠성수소 화합물

46 활성수소화합물은 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머의 가교제로서 작용하여 혼합물을 경화시키는데, 이는 상온에서 고체상태인 폴리아민 (MOCA) 단독 혹은 고체상태인 폴리아민과 액체상태인 폴리올파의 혼합물을 사용할 수 있으며, 예를 들면 3.3-디클로로 4.4-디아미노 디페닐메탄, 클로로아닐린 변성-클로로디아미노페닐메탄, 3.5-비스(메틸티오)2.4-톨루엔 디아민, 3.5-(메틸티오)2.6-톨루엔디아민, 아미노 에틸 피페라진, 메타 크실렌 디아민 등의 아민류 중에서 적어도 하나를 주로 사용한다. 이러한 디아민류는 단독으로도 사용이 가능하지만 필요에 따라서 폴리(옥시테트라메틸렌)글리콜, 폴리(옥시프로필렌)글리콜 등의 폴리에테르 폴리올, 폴리카보네이트 폴리올, 올리에스테르 폴리올 등과 병용하는 것도 가능하다. 아민과 병용하는 폴리올의 분자량은 저분자량이 적당하고, 특히 분자량 500~3,000 범위에 있는 폴리(옥시테트라메틸렌)글리콜 혹은 폴리카보네이트글리콜 등이 바람직하다. 그 외에도 제3 종래기술로 언급된 국제특허공개 WO 0196434에 개시된 다양한 물질을 비롯한 공지 물질을 이용할 수 있다.

7> 5. 유기중공구체 및 무기중공구체

8> 필요에 따라, (b)단계의 2액성분 혼합물에 유기중공구체 또는 무기중공구체를 추가할 수 있다.

> 유기중공구체는 유기피막 내부에 중공부가 형성된 것으로서, 이에 대해서는 제2 종래기술로 언급된 특허공개 WO 9404599에 자세히 기재되어 있으므로, 그 기재 사항을 본 발명과 결합하여 본 발명의 내용으로 한다.

<50> 무기중공구체는 아크릴로니트릴-염화비닐리덴 공중합체나 아크릴로니트릴 공중합체의 열 가소성 수지로 된 내피에 저비점 탄화수소가 내포되어 있고, 상기 내피막 표면에는 무기분체 입자 예를 들어, 티타늄옥사이드(titanium oxide), 탄산칼슘(calcium carbonate), 실리카 (silica), 세리움 옥사이드(cerium oxide), 세라믹(ceramic)가 코팅 등의 방법으로 표면접착된 것으로, 직경이 20~50 μm 인 작은 것과 직경이 80~150 μm 인 큰 것이 단독으로 또는 혼합 사용되고, 비중은 0.1~0.4±0.05 g/cm³인 것이 적합하다. 무기중공구체를 소량 혼합 사용하면 연마효율이 증대되고, 별도의 연마제를 슬러리에 첨가시키지 않고도 연마가 가능하며 경제적 관점에서 생산원가를 절감할 수 있다.

- 1> 6. 2액성분 혼합시의 온도조건
- 2> 2액성분 혼합전 단계 즉, 제1 및 제2 성분액이 2액성분 주형기에 주입되는 단계에서 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머나 활성수소화합물 성분의 온도는 2액주형기를 순환함에 있어서 지장을 주지 않는 범위에서 유지된다.
- > 구체적으로 이소시아네이트 말단 프리폴리머는 60~110°C, 특히 70~90°C의 온도범위로 보온되는 것이 바람직하다. 활성수소화합물은 예를 들면 디아민류가 상온고체의 3,3-디클로로 4,4-디아미노페닐메탄의 경우는 100~120°C의 온도범위에서, 상온 액상의 디아민류 및 디아민류와 폴리올의 혼합물인 경우에는 60~100°C의 온도범위에서 유지되는 것이 바람직하다.

7. 연마패드의 물성

- <55> 본 발명에 의해 제조된 미세기공 함유 연마패드의 밀도는 $0.5\sim1.0\text{g/cm}^3$, 보다 바람직하게는 $0.7\sim0.9\text{g/cm}^3$ 의 범위이다. 또 미세기공 함유 연마패드의 경도는 사용하는 이소시아네이트 말단 우레탄 폴리풀리미 혹은 활성수소화합물 및 실리콘계 계면활성제 등의 종류 및 첨가량에 따라 변하지만 일반적으로 경도는 shore D=50~70이고, 바람직하게는 shore D=56~68의 범위이다. 연마공정 시 웨이퍼의 연마효율, 표면품위 및 평탄성 측면에 있어서 경도가 중요한 역할을 한다. 경도가 높은 패드를 사용하면 연마효율은 좋으나 표면품위 및 평탄도가 저하되며, 경도가 낮은 패드를 사용하면 표면품위와 평탄도는 향상되지만 연마효율은 떨어진다. 서로 상반되는 경도의 특성을 이용하여 연마효율, 표면품위 및 평탄도 모두를 향상시킨다. 경도가 높은 연마 상층형 패드에 상층패드를 지지함과 아울러 완충역할을 하는 부직포 혹은 고분자 폼을 적층시킨 복합패드를 사용하는데, 압축율 5~15%, 압축탄성을 55~75%, 경도는 60~78 Shore A인 부직포 혹은 고분자 폼이 적당하다.
- <6> 상기와 같이 연마효율 및 평탄도는 연마패드의 특성에 의해 영향을 받지만, 패드의 표면 형태 등에 의해서도 변한다. 연마공정 시 연마패드의 상부면에 공급되는 슬러리의 균형적인 유동 및 분포를 위하여, 주요 이동통로로 작용되게 하여 슬러리의 유출을 방지하고 슬러리가 패드의 전 표면에 골고루 분포되도록 지속적으로 유동시켜주는 X-Y 형상(직교형상) 혹은 사각 형상의 마크로(macro) 그루브와, 상기 마크로 그루브들 사이에 형성되거나 단독으로 형성된 보다 작은 폭과 깊이의 마이크로(micro) 그루브로 패드의 표면형태를 형성시킨다. 예를 들어, 상기 마크로 그로브는 깊이 0.3~1.5mm, 폭 0.1~1.0mm, 간격 1.0~8.0mm이며. 마이크로 그루브는 깊이 0.2~1.0mm, 폭 0.1~0.5mm, 간격 1.0~5.0mm으로 형성할 수 있다.

<57> 이하, 본 발명의 바람직한 실시예와 비교예에 따라 폴리우레탄 발포체를 제조하고(표1), 그로부터 얻어진 연마패드의 연마특성을 하기의 방법으로 측정하여 평가하였다(표2).

<58> <연마특성평가방법>

<59> 1. 연마속도

<60> 연마시험을 1분간 행하여 시험전후의 피연마물의 두께를 측정한다. 측정위치는 연마면내에 49개의 위치를 미리 정해둔다. 측정위치 49개의 연마시험 전후의 두께 차에 대한 평균치를 산출해 연마패드1장의 연마속도로 한다.

<61> 동일한 미세기공 함유 연마패드 10장분 연마속도의 평균치 A 및 분산치 B를 A±B로 표기해 연마특성과 로트간 편차를 평가한다. A는 연마특성에 관한 것으로 수치가 틀수록 연마효율이 뛰어남을 나타내고 있다. B는 로트간 편차에 관한 것으로 수치가 적을수록 연마특성이 안정하다는 것을 나타낸다.

<62> 2. 평탄성

<63> 연마시험을 1분간 행하여 시험전후의 피연마물의 두께를 측정한다. 측정위치는 연마면내의 49개를 미리 정해둔다. 측정위치 49개의 연마시험전·후 두께 차의 최대치(Max), 최소치(Min) 및 평균치(Ave)로부터, 다음의 식을 이용해 산출한 것을 연마패드 1장분의 평탄성으로 한다.

<64> 평탄성=100X(최대치-최소치)/평균치

- <65> 동일 미세기공 함유 연마패드 10장분의 평탄성 수치의 평균치 C 및 분산치 D를 C±D로 표기해 연마특성과 로트간 편차를 평가한다. C는 연마특성에 관한 것으로 수치가 적을수록 연마면의 평탄성이 뛰어난 것을 나타낸다. D는 로트간 편차에 관한 것으로 수치가 적을수록 연마특성이 안정함을 나타낸다.
- 66> <실시예 및 비교예>
- 67> 비교예 1
- 58> 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머 (상품명 Adiprene L-325, TDI/PTMG/DEG계, NCO content 9.0~9.3%) 100 중량부에 팽창 중공구체 (상품명 Expencel-551 DE) 2.3 중량부를 첨가 혼합한 혼합물은 70°C에서, 활성수소화합물로서 MOCA 25 중량부는 120°C에서 각각 가열하였다. 이들 2액 성분을 혼합한 혼합물을 성형온도 100°C의 금형에 주입 후 오븐중에서 30분간 110°C로 가열하여 1차로 경화하였다. 주형물을 탈형한 후 120°C에서 5시간 경화한 다음 주형물을 25°C까지 냉각시킨 후에 1.3mm 두께로 슬라이스하여 연마패드를 제작했다. 웨이퍼 연마에 사용되는 패드 표면과 웨이퍼 사이에 슬러리 유입량을 효과적으로 조절하여 연마효율을 높이고자 슬라이스한 연마패드 표면에 그루브를 형성시켰다. 연마패드 표면상에 X-Y축을 중심으로 나란하게 X-Y 형상의 매크로(macro) 그루브를 다수 형성시키고 동시에 폭, 깊이, 피치(pitch)를 달리하는 미세(micro) 그루브를 형성시켰다. 상기 그루브를 형성시킨 상층형 연마패드에, 두께 1.25±0.03 mm, 압축율 10±%, 경도 70± Shore A인 부직포를 접착시켜 적층형 패드를 제조하였다.

<69> 상기 방법에 따라 제조한 연마패드 10장을 연마장치에 장착해서 SiO₂ 막의 연마특성을 측정했다. 연마슬러리 유입량을 150ml/min, 웨이퍼 하중을 5.5psi, 턴테이블 회전수를 30rpm, 헤드 회전수를 30rpm, 연마시간을 60초로 한 연마조건으로 연마시험을 행한 결과, 연마속도는 3000±200 /분, 평탄성은 5±%였다.

:70> 비교예 2

:71> 도 1의 모식도에서와 같이, 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머 Adiprene L-325 100중량부에 수산기를 포함하지 않는 실리콘계 비이온성 계면활성제(상품명 SH-190) 1 중량부를 첨가 혼합한 후, 혼합기(10)에 비반응성 기체 N₂를 투입하면서 약 3500rpm으로 1분 30초 정도 고속·교반하여 크림상의 기포 분산액을 얻었다. 상기 기포 분산액을 여과망(20)을 통과시켜 불균일한 기포를 제거한 후, 유성형 혼합기(30)로 이송하여 120℃에서 용해시킨 methylene bis-o-chloroaniline [MBCA, 이하라 케미컬(주)] 26.2 중량부를 혼합하고 금형(40)에 주입한 후 80~90℃의 온도에서 약 12시간 정도 경화시켰다. 주형물을 25℃까지 냉각시킨 후에 1.3mm 두께로 슬라이스하여 연마패드를 제작했다. 상기 상층형 패드를 비교예 1과 같은 방법으로 그루브를 형성한 다음 적층형 패드를 제조하였다. 비교예 1의 방법에 따른 연마조건으로 연마시험을 행한 결과, 연마속도는 2800±200 /분, 평탄성은 3±%이었다.

:72> 실시예 1

:73> 도 2의 모식도에서와 같이, 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머-Adiprene L-325를 100중량부에 수산기를 포함하는 실리콘계 계면활성제 (상품명 DC-193, 다우코닝사) 1중량부를

첨가하여 약 60°C에서 2시간 동안 반응시킨 결과, 실리콘계 계면활성제의 수산기가 소멸되면서 균일하고 안정화된 우레탄 프리폴리머 반응액(제1성분액)을 얻었다. 상기 제1성분액을 기포형 성(air nucleation type) 주형기(100)로 이송한 후 제2 성분액으로 120°C에서 용해시킨 MBCA 24중량부(이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머-Adiprene L-325를 100중량부 기준)을 첨가하면서 비반응성 기체 N₂를 매스 플로우미터(mass flowmeter : 104)를 이용하여 주입하였다. 이어서, 혼합액을 회전날개(108)로 교반, 혼합하여 토출구(106)를 통해 일정속도로 외부 토출시킨다. 혼합이 원활히 이루어지고 기포가 균일하게 발생될 수 있도록, 회전날개(108)는 도2의 모식도에서와 같이 통형상을 사용하고, 회전날개와 주형기 내벽간의 간격을 좁게 하는 것이 보다 바람직하다. 주형기(100)의 공정조건은 압력 5bar, 토출량 3kg/min로 하고, 비반응성 기체의 주입속도는 1 l/min (mass flowmeter 조절수치 20%), 회전날개의 회전속도는 5,000 rpm으로 설정하였다.

- 74> 외부로 토출된 혼합액은 금형(110)으로 직접 주입되어 성형공정을 거친다. 2액성분 혼합물이 금형에 주입한 후, 80~90°C의 온도에서 약 12시간 정도 경화시켰다. 주형물은 25°C까지 냉각한 후에 상기 비교예 1의 제조방법과 동일하게 슬라이스 공정과 그루브를 형성시킨 다음 적층 연마패드를 제작하였다.
- 75> 비교예 1의 방법에 따른 연마조건으로 연마시험을 행한 결과, 연마속도는 2900±200/분, 평탄성은 5±%이다. 또, 연마패드의 표면을 주사전자현미경으로 관찰하여 기공(cell)의 형상과 치밀도를 관찰하고 그 결과를 표 2에 기록하였다. 도 3으로부터 균일하고 치밀한 미세 기공이 형성되었음을 확인할 수 있었다.(도 3)

<76> 실시예 2 ~ 9

<77> 아래표 1과 같은 배합량으로 하여 계면활성제의 함량, 혼합액의 토출량, 비반응성 기체의 주입량 등을 변화시키면서 비교예 1과 동일한 방법으로 연마패드를 제조하여 연마특성을 평가하여 표2와 같은 결과를 얻었다. 실시예 2에서 얻어진 연마패드를 주사전자 현미경으로 관찰한 결과, 균일하고 치밀한 미세 기공이 형성되었음을 확인할 수 있었다.(도 4)

<78> 표 1) 연마패드 제조 배합량 및 공정조건

	우레탄 프리 폴리머 (중량부)	중공 구체 (중량부)	계면 활성제 (중량부)	활성주조 화합물 (중량부)	mass flow meter 조절수치 <비]반응성기체 주입양> (ℓ/min)	혼합액의 토출량 (kg/min)	교반 속도 (rpm)
비교예 1	L-325 100	Expancel 2.3	-	MOCA 25	-	-	-
비교예 2	L-325 100	-	DC-190, 1.0	MBCA 26.2	-	-	3,500
실시예 1	L-325 100	-	DC-193, 1.0	MBCA 24	20% (1 ℓ/min)	3	5,000
실시예 2	L-325 100	-	DC-193, 2.0 DC-190, 1.0	MBCA 24	20% (1 ℓ/min)	3	3,500
실시예 3	L-325 100	-	DC-193, 3.0	MBCA 24	25% (1.25 ℓ/min)	3	5,000
실시예 4	L-325 100	-	DC-193, 3.0	MBCA 24	30% (1.5 ℓ/min)	3	5,000
실시예 5	L-325 100	-	DC-193, 3.0	MBCA 24	40% (2 ℓ/min)	5	5,000
실시예 6	L-325 100	-	DC-193, 3.0	MBCA 24	40% (2 ℓ/min)	5	5,000
실시예 7	L-325 100	-	DC-193, 3.0	MBCA 24	50% (2.5 ℓ/min)	7	5,000
실시예 8	L-325 100	-	DC-193, 2.0 DC-190, 1.0	MBCA 24	40% (2 ℓ/min)	5	5,000
실시예 9	L-325 100	-	DC-193, 2.5 DC-190, 0.5	MBCA 24	0% (2 ℓ/min)	5	5,000
실시예 10	L-325 100	80GCA 0.5	DC-193, 3.0	MBCA 24	40% (2 ℓ/min)	5	5,000

<80> 표 2) 연마패드의 물성 및 연마특성

<81>

	비교예 1	비교예 2	실지예 1	실지예 2	실지예 3	실지예 4
연마속도	3,000±200	2,800±200	2,900±200	3,000±200	3,400±200	3,200±200
평탄성	5丑	3丑	5丑	4丑	3丑	3丑
경도 (shore D)	57	58	68	68	60	57
cell형상, 치밀도	0	0	0	0	◎	◎

<82>

	실지예 5	실지예 6	실지예 7	실지예 8	실지예 9	실지예 10
연마속도	3,400±200	3,500±200	3,200±200	3,400±200	3,300±200	3,400±200
평탄성	3丑	3丑	4丑	3丑	3丑	3丑
경도 (shore D)	62	63	61	62	61	62
cell형상, 치밀도	◎	◎	0	◎	◎	◎

<83>

○ : 양호, ◎ : 매우 우수

<84>

상기 표 1과 2에서 확인되는 바와 같이 실리콘계 비이온성 계면활성제의 함량, 비반응성 가스 주입량, 혼합·토출량 등을 적정하게 조절 변화시키면서 본 발명에 따라 제조한 연마패드는 연마효과 및 평탄성이 우수하며 연마특성이 안정됨을 알 수 있다.

【발명의 효과】

<85>

본 발명은 별도의 중공구체 삽입없이 발포체 조성물에 비반응성 기체를 주입함으로써 발포체내에 자체 기공이 형성되므로 스크래치 발생을 억제한다. 또, 기포형성공정이 2성분액 혼합과정에서 수행되므로 연마패드내에 균일한 크기와 분포를 갖는 기공을 형성할 수 있다. 또,

102 71715

출력 일자: 2003/12/17

공정이 단순하고 공정조건의 여유도가 커서 공정비용이 절감되고, 공정신뢰도가 높아지며, 생산성이 향상된다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

- (a) 이소시아네이트기 함유 화합물을 포함하는 제1성분과, 활성수소기 함유 화합물을 포함하는 제2성분 중의 적어도 어느하나에 비이온성 계면활성제를 첨가하는 단계와,
- (b) 상기 제1성분과 제2성분의 혼합액에 비반응성 기체를 주입하면서 교반 혼합하는 단계와,
- (c) 상기 혼합액을 일정속도로 외부로 토출하는 단계와,
- (d) 토출된 혼합액을 금형에 주입하여 일정형상으로 성형하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 미세기공 함유 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 2】

제 1 항에 있어서,

상기 (b)단계와 (c)단계는 동시에 수행되는 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 3】

제 1 항에 있어서,

(b)단계에서 비반응성 기체는 혼합액 토출량 1kg 당 0.1-1 L/min의 양으로 주입되는 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 4】

제 3 항에 있어서,

(b) 단계에서 비반응성 기체는 상기 혼합액 토출량 100kg 당 0.3-0.7 L/min의 양으로 주입되는 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 5】

제 1 항 또는 제 3 항에 있어서.

상기 (b)단계의 혼합액 토출량은 2-20 kg/min인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 6】

제 5 항에 있어서.

상기 (b)단계의 혼합액 토출량은 2-7 kg/min인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 7】

제 3 항 또는 제 6 항에 있어서

상기 (b)단계는 2-15 barr의 압력하에서 수행되는 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 8】

제 7 항에 있어서.

상기 (b)단계는 4-10 barr의 압력하에서 수행되는 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포 캐스팅 제조방법

【청구항 9】

제 1 항 내지 제 4 항, 제 6 항 및 제 8 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 계면활성제의 첨가량은 이소시아네이트기 함유 화합물 100 중량부에 대해 0.1-10 중량부인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 10】

제 9 항에 있어서,

상기 (b)단계의 혼합액에서 계면활성제의 함량은 이소시아네이트기 함유 화합물 100 중량부에 대해 1-3 중량부인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 11】

제 1 항 내지 제 4 항, 제 6 항, 제 8 항 및 제 10 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 (b)단계의 혼합액에서 활성수소 함유 화합물의 함량은 이소시아네이트기 함유 화합물 100 중량부에 대해 15-50 중량부인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 12】

제 1 항 내지 제 4 항, 제 6 항, 제 8 항, 제 10 항 및 제 11 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 이소시아네이트기 함유 화합물은 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 13】

제 9 항에 있어서,

상기 비이온성 계면활성제는 수산기를 함유하는 실리콘계 비이온성 계면활성제, 수산기 를 함유하지 않는 실리콘계 비이온성 계면활성제 또는 이들의 혼합인 것을 특징으로 하는 폴리 우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 14】

제 1 항 내지 제 4 항, 제 6 항, 제 8 항, 제 10 항, 제 11 항 및 제 13 항 중의 어느 한 항에 있어서,

상기 (b)단계의 혼합액은 유기 중공구체 또는 무기 중공구체를 추가로 더 포함하는 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 15】

(a) 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머를 포함하는 제1성분과, 활성수소기 함유 화합물을 포함하는 제2성분 중의 적어도 어느 하나에 상기 이소시아네이트 말단 우레탄 프리폴리머 100 중량부에 대해 0.1-10 중량부의 실리콘계 비이온성 계면활성제를 첨가하는 단계와,

(b) 상기 제1성분과 제2성분을 2-15 barr의 압력하에서 비반응성 기체를 주입하여 혼합 교반한 후, 상기 혼합물을 2-20 kg/min의 양으로 외부로 토출시키되, 상기 비반응성 기체는 상기 혼합액 토출량 1kg당 0.1-1 L/min의 양으로 주입되는 단계와,

(c) 토출된 혼합액을 금형에 주입하여 성형하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 미세기공 함유 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 16】

제 15 항에 있어서,

(b) 단계의 비반응성 기체 주입량은 상기 제1성분과 제2성분 혼합액 1kg당 0.3-0.7 L/min이며, 압력은 4-10 barr이며,

(c) 단계의 토출량은 2-7 kg/min인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 17】

제 15 항 또는 제 16 항에 있어서,

(a) 단계의 실리콘계 비이온성 계면활성제는 수산기를 포함하는 실리콘계 비이온성 계면 활성제이거나, 수산기를 포함하지 않는 실리콘계 비이온성 계면활성제이거나 또는 이들의 혼합인 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 발포체의 제조방법.

【청구항 18】

제 1 항 기재의 방법으로 형성된 연마패드.

【청구항 19】

제 18 항에 있어서,

상기 연마패드는 밀도가 0.5~1.0g/cm³, 경도는 shore D=50~70 인 것을 특징으로 하는 연마패드.

【청구항 20】

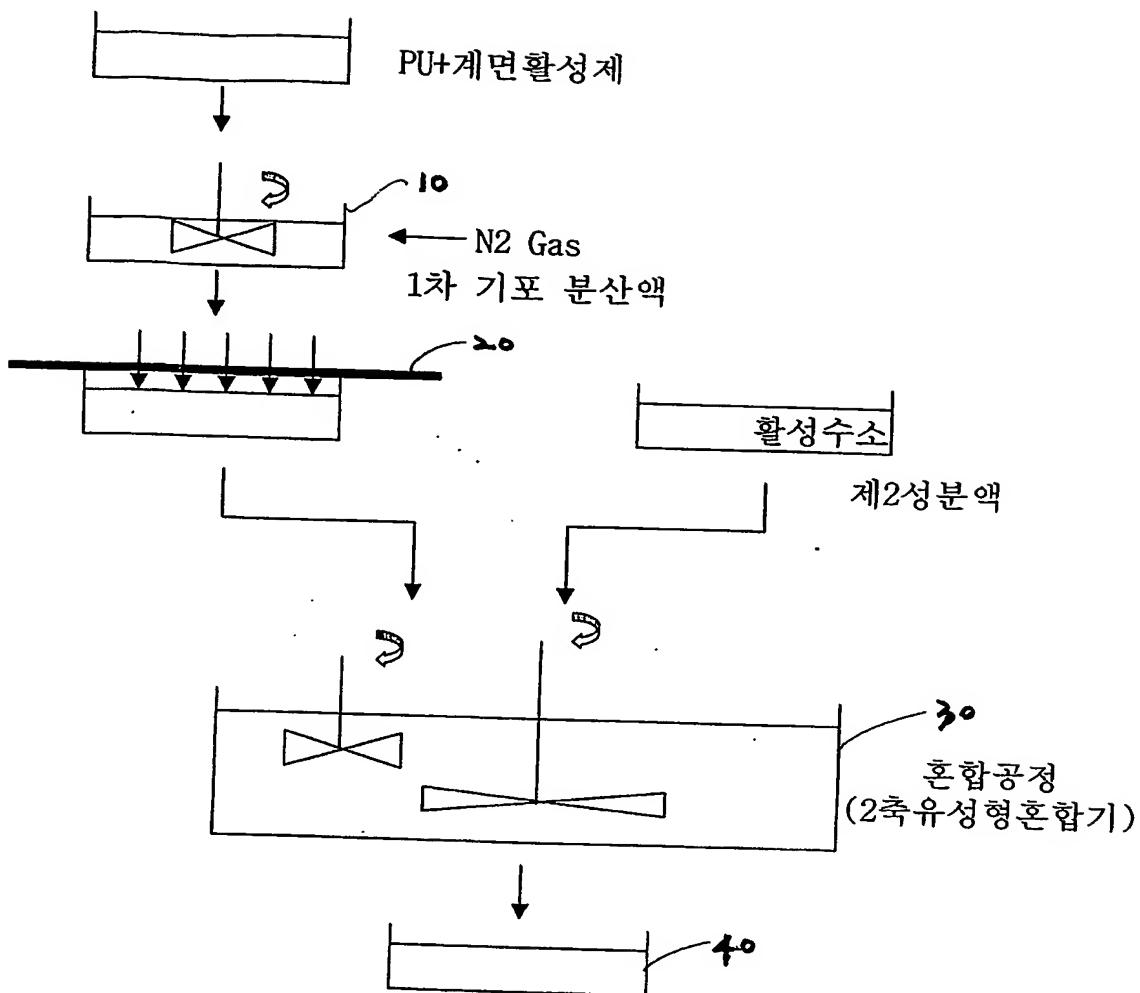
제 15 항 기재의 방법으로 형성된 연마패드.

【청구항 21】

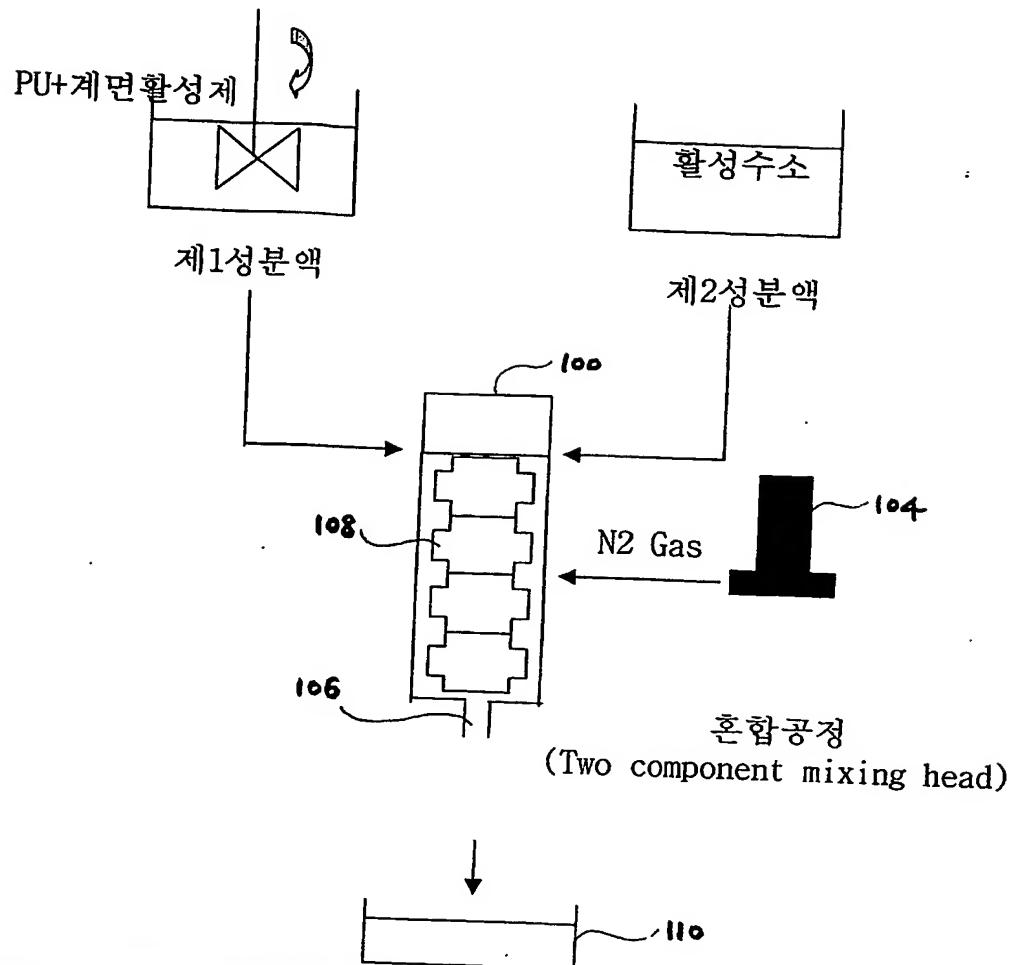
제 16 항 기재의 방법으로 형성된 연마패드.

【도면】

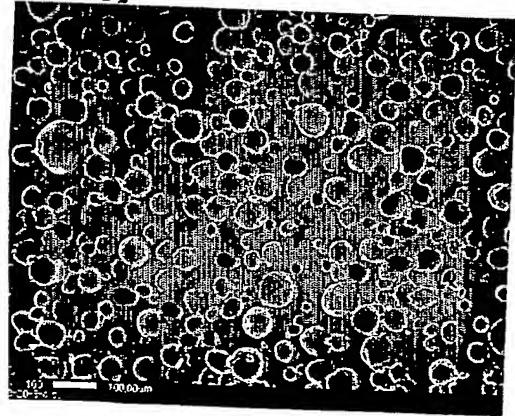
【도 1】



【도 2】



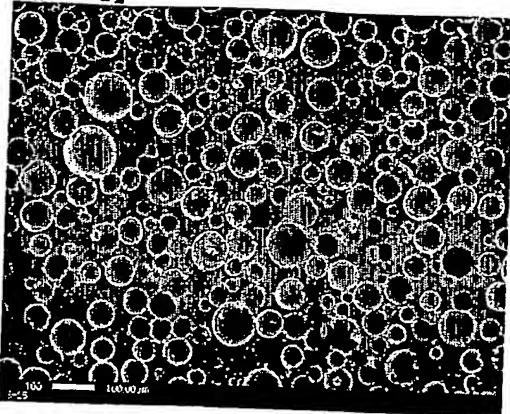
【도 3】



10
71715

출력 일자: 2003/12/17

【도 4】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.